

Д. Д. Колотий, Н. А. Мамонтова, К. А. Сперанский*

Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет),
г. Москва

* *speranski.konstantin@mail.ru*

Научный руководитель – д-р техн. наук, проф. кафедры «МиТОМ» С. Я. Бецофен

РАЗРАБОТКА ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОГО МЕТОДА ДЛЯ АНАЛИЗА КОЛИЧЕСТВЕННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК ТЕКСТУРЫ И АНИЗОТРОПИИ СВОЙСТВ ГПУ-СПЛАВОВ МЕТОДОМ ОБРАТНЫХ ПОЛЮСНЫХ ФИГУР

Разработка новых высокотехнологичных материалов для ракетно-космической и авиационной отраслей промышленности, атомной энергетики связана с созданием технологий, обеспечивающих получение требуемого комплекса технологических и эксплуатационных свойств изделий и конструкций. Широкое применение в этих отраслях промышленности нашли сплавы титана и циркония. Характерной особенностью этих сплавов является кристаллографическая текстура, которая практически полностью определяет анизотропию физико-механических свойств полуфабрикатов и изделий из них. Необходимость управления текстурообразованием обуславливает развитие методик, позволяющих проводить количественный анализ кристаллографических ориентировок.

Ключевые слова: титан, титановые сплавы, цирконий, циркониевые сплавы, кристаллографическая текстура, анизотропия, обратные полюсные фигуры.

D. D. Kolotii, N. A. Mamontova, K. A. Speranskii

DEVELOPMENT OF THE EXPERIMENTAL METHOD FOR THE ANALYSIS OF QUANTITATIVE CHARACTERISTICS OF THE TEXTURE AND ANISOTROPY OF PROPERTIES OF GPU ALLOYS BY THE METHOD OF REVERSE POLE FIGURES

The development of new high-tech materials for the rocket and space and aviation industries, nuclear power is associated with the creation of technologies that ensure the required set of technological and operational properties of products. Alloys of titanium and zirconium were widely used in these industries. A characteristic feature of these alloys is the crystallographic texture. The need to control texture formation determines the development of techniques that allow for the quantitative analysis of crystallographic orientations.

Keywords: crystallographic texture, anisotropy, inverse pole figures.

Разработка новых высокотехнологичных материалов для ракетно-космической и авиационной отраслей промышленности, атомной энергетики связана с созданием технологий, обеспечивающих получение требуемого комплекса технологических и эксплуатационных свойств изделий и конструкций. Широкое применение в этих отраслях промышленности нашли сплавы титана и циркония.

Во всех металлических материалах, начиная со стадии выплавки слитков, формируется кристаллографическая текстура, при этом для сплавов циркония, и особенно титана, текстура практически полностью определяет анизотропию физико-механических свойств полуфабрикатов и изделий из них.

Для оценки механических свойств изделий металлопроката и определения соответствия прочностных характеристик требуемым параметрам существует целый арсенал различных методик, которые позволяют, не разрушая образец, определить с определенной точностью, насколько его механические свойства будут соответствовать условиям эксплуатации.

Необходимость управления текстурообразованием обуславливает развитие методик, позволяющих проводить не только качественный, но и количественный анализ кристаллографических ориентировок и связанных с этим параметров анизотропии упругих и механических свойств. Одной из наиболее часто используемых текстурных характеристик полуфабрикатов и изделий из ГПУ-материалов, в частности сплавов циркония и титана, являются коэффициенты Кернса (или f -параметры), что обуславливает необходимость их точного определения, поскольку существуют надежные корреляции этих коэффициентов со служебными свойствами.

Анализ литературных данных показал, что данные, полученные в результате исследований были получены различными способами, что осложняет их обработку и сбор статистики. Исходя из имеющихся в литературе данных было выяснено, что для получения более корректных значений f -параметра, для полуфабрикатов из сплавов с частично деформированной структурой, рекомендуется использовать метод рентгеновской дифрактометрической съемки и расчетом значений текстурных коэффициентов с помощью ППФ и ОПФ.

Для данной работы были поставлены следующие задачи:

1. Экспериментально исследовать методом прямых (ППФ) и обратных полюсных фигур (ОПФ) текстуры листовых полуфабрикатов из сплавов титана и циркония.
2. Рассчитать коэффициент Кернса (f) и модуля Юнга (E) для исследованных сплавов, на основании ППФ и ОПФ.
3. Разработать метод оценки точности расчетов из ОПФ в зависимости от дискретности экспериментальных точек на стереографическом треугольнике.

4. Провести сравнительный анализ точности различных методов расчета коэффициента Кернса и модуля Юнга из текстурных данных применительно к сплавам титана и циркония.

В качестве объектов исследования были выбраны титановые сплавы (Вт5, Вт6, Вт20, Вт23), а также циркониевый сплав Э110. Образцы из исследуемых сплавов были вырезаны и обработаны для исследования с помощью рентгеноструктурного анализа на установке Дрон-4-07.

Коэффициенты Кернса рассчитывали с использованием трех методик.

Расчет f -параметров для сплава Э110 о.ч. в соответствии с **первой методикой** проводили на основе построения полных ППФ из неполных методом экстраполяции. (Неполные ППФ были получены по результатам рентгеновской съемки в CuK_α -излучении с плоскости листа на середине его толщины в рефлексе (0002) α -Zr.)

При построении количественных ОПФ, необходимых для вычисления текстурных коэффициентов по второй и третьей методикам, расчет полюсной плотности проводили с применением операции нормирования по Моррису. Для этого были рассчитаны коэффициенты нормировки A_{hkl} для 17 рефлексов, соответствующих числу независимых рефлексов в дифракционном спектре α -Ti при использовании фильтрованного CuK_α -излучения. Полюсную плотность с учетом A_{hkl} определяли по формуле:

$$P_{h_i k_i l_i}^{\text{норм}} = \frac{P_{h_i k_i l_i}}{\sum_{i=1}^n (P_{h_i k_i l_i} A_{h_i k_i l_i})} \quad (1)$$

Вторая и третья методики основаны на результатах ОПФ.

Вторая методика определения коэффициентов Кернса (ОПФ17) является стандартной и включает усреднение значений f -параметров, вычисленных для каждого экспериментального рефлекса ($h_i k_i l_i$) по всему стереографическому треугольнику, при этом все f -параметры имеют одинаковый весовой множитель:

$$f_{\text{нп(пн,нн)}} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n P_{h_i k_i l_i}^{\text{нп(пн,нн)}} \cos^2 \gamma_i \quad (2)$$

Третья методика (ОПФ17-М) отличается тем, что в ней учитывается неравномерность распределения экспериментальных рефлексов на сфере проекций (аналогично операции нормирования полюсной плотности) с использованием тех же коэффициентов нормировки A_{hkl} , что и при нормировке полюсной плотности:

$$f_{\text{нп(пн,нн)}} = \sum_{i=1}^n A_{h_i k_i l_i} * P_{h_i k_i l_i}^{\text{нп(пн,нн)}} \cos^2 \gamma_i \quad (3)$$

Также была предложена **новая методика**, которая позволила оценить точность, с которой проводятся расчеты свойств с помощью второй и третьей методик. С помощью данной методики можно рассчитать теоретическое значение параметров Кернса, модуля Юнга, задать

требуемую дискретность и таким образом получить абсолютное значение искомым параметров.

Такой подход дает возможность сопоставить точность усреднения по экспериментальным (ОПФ17 и ОПФ17-М) и теоретических ОПФ (ОПФТ), поскольку в последних дискретность ориентаций может быть задана не ограничено до таких минимальных углов между ориентациями, когда величина параметра анизотропии практически не будет изменяться, и эту величину можно принять за истинное значение параметра анизотропии для данной текстуры.

В этом случае ошибка метода ОПФ будет равна разности между этим истинным значением параметра анизотропии и соответствующей величиной, полученной для ОПФ с 17 рефlekсами, т. е. для экспериментальной ОПФ.

Таблица

Ошибки в определении f и E для различных вариантов усреднения на ОПФ

Тип усреднения ОПФ	$\Delta\gamma$	n	Баз. текстура				Призм. текстура			
			E	$\frac{\Delta E}{E_{0,5}}$	f	$\Delta f/f_{0,5}$	E	$\frac{\Delta E}{E_{0,5}}$	f	$\Delta f/f_{0,5}$
	град		ГПа	%		%	ГПа	%		%
ОПФ17	–	17	134,1	5,14	0,837	17,4	105,5	–0,32	0,065	–21,4
ОПФ17М	–	17	128,3	0,62	0,729	2,3	105,8	–0,04	0,081	–2,9
ОПФ-Т(10)	10	9	128,0	0,35	0,724	1,6	106,0	0,15	0,093	11,4
ОПФ-Т(5)	5	18	127,6	0,04	0,71	0,17	105,89	0,05	0,086	3,0
ОПФ-Т(2)	2	48	127,56	0,01	0,713	0,03	105,85	0,01	0,084	0,5
ОПФ-Т(1)	1	90	127,57	0,02	0,713	0,08	105,84	0,00	0,084	0,1
ОПФ-Т(0,5)	0,5	180	127,55	0,00	0,712	0,00	105,84	0,00	0,083	0,0

Согласно результатам расчетов (табл. 1), угловой интервал $\Delta\gamma = 2^\circ$ является критическим: дальнейшее его уменьшение не дает ощутимого эффекта (ошибка менее 0,1 %). Способ усреднения существенно влияет на результаты вычисления коэффициентов Кернса.

Так, учет неравномерности рефлексов на сфере проекций (ОПФ17-М) дает результат, который отличается от истинного ($\Delta\gamma < 2^\circ$) всего на 2–3 % по f -параметру, а усреднение без учета неравномерности рефлексов (ОПФ17) дает отклонение от истинного значения на 17–20 %. По модулю упругости ошибка существенно ниже, чем по f -параметру и усреднение ОПФ17-М дает заметно меньшую ошибку по сравнению с ОПФ17.

Расчетным методом показано, что значения коэффициентов Кернса при усреднении, учитывающем неравномерность рефлексов на сфере проекций (ОПФ17-М), для базисной текстуры выше истинных значений на

2,3 %,.. Из этого следует, что если значения коэффициентов Кернса, рассчитанные из ОПФ для базисной текстуры и равные в среднем 0,725, то истинная величина f -параметра на 2,2 % ниже и составляет 0,709. Разница между этим значением и величиной, полученной из ППФ (0,653), составляет 0,056, что более чем втрое превышает аналогичную разницу (0,016) для величин, рассчитанных из ОПФ.

По результатам работы были сделаны следующие выводы:

1. Проведен сравнительный анализ величин текстурных коэффициентов Кернса для листов сплавов титана и циркония методом прямых и обратных полюсных фигур.

2. Моделирование базисной и призматической текстуры ГПУ-металлов на примере сплавов титана и циркония с помощью соответствующих аналитических функций позволило впервые объективно оценить точность определения коэффициентов Кернса и модулей Юнга в зависимости от дискретности экспериментальных точек на ОПФ.

3. Показано, что нецелесообразно снижать угловые дистанции между экспериментальными точками на ОПФ меньше чем на 2° , поскольку относительная ошибка при этом становится меньше 0,1 %.

4. Для оценки коэффициентов Кернса по результатам текстурных исследований методом ОПФ необходимо использовать операцию нормирования с учетом неравномерности рефлексов на сфере проекций, что позволит снизить ошибку определения текстурных параметров до 2–3 %.

5. Сопоставление экспериментальных результатов измерения коэффициентов Кернса с результатами расчетов на основе теоретических ОПФ показало, что точность измерения коэффициентов Кернса методом ОПФ выше точности измерения методом ППФ.

ЛИТЕРАТУРА

1. Бородкина М. М. Изучение текстуры методом обратных полюсных фигур / М. М. Бородкина, С. Ф. Куртасов. Москва : Заводская лаборатория, 1979.
2. Русаков А. А. Рентгенография металлов / А. А. Русаков. Москва : Атомиздат, 1977. 480 с.
3. Горелик С. С. Рентгенографический и электронно-оптический анализ / С. С. Горелик, Ю. А. Скаков, Л. Н. Расторгуев. Москва: «МИСИС», 2002. 360 с.
4. Бецофен С. Я. Влияние текстуры и механизма деформации на анизотропию механических свойств и служебные характеристики сплавов титана и магния // Тезисы докладов Всесоюзной научно-технической конф. «Прикладная рентгенография металлов», Ленинград, 1986.